

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION
EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété
Intellectuelle
Bureau international



(43) Date de la publication internationale
17 mai 2001 (17.05.2001)

PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 01/35067 A2

(51) Classification internationale des brevets⁷: G01N

(21) Numéro de la demande internationale:
PCT/FR00/03099

(22) Date de dépôt international:
8 novembre 2000 (08.11.2000)

(25) Langue de dépôt: français

(26) Langue de publication: français

(30) Données relatives à la priorité:
99/14060 9 novembre 1999 (09.11.1999) FR

(71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US): INSTI-
TUT FRANÇAIS DU PETROLE [FR/FR]; 1 & 4, avenue
de Bois Préau, F-92852 Rueil Malmaison Cedex (FR).

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement): ZHOU,

Honggang [FR/FR]; 5, avenue de Buros, F-64000 Pau
(FR). JOSE, Jacques [FR/FR]; Chemin du Molaret,
F-38200 Villette de Vienne (FR). BROSETA, Daniel
[FR/FR]; 23, rue Caumartin, F-75009 Paris (FR). ROBIN,
Michel [FR/FR]; 7, avenue du Maréchal Foch, F-78300
Poissy (FR). DURANDEAU, Marc [FR/FR]; 8, rue G.
Apollinaire, F-78860 Saint-Nom-la-Bretèche (FR).

(74) Mandataire: ELMALEH, Alfred; Institut Français du
Pétrole, 1 & 4, avenue de Bois-Préau, F-92852 Rueil Mal-
maison Cedex (FR).

(81) États désignés (national): CA, GB, NO, US.

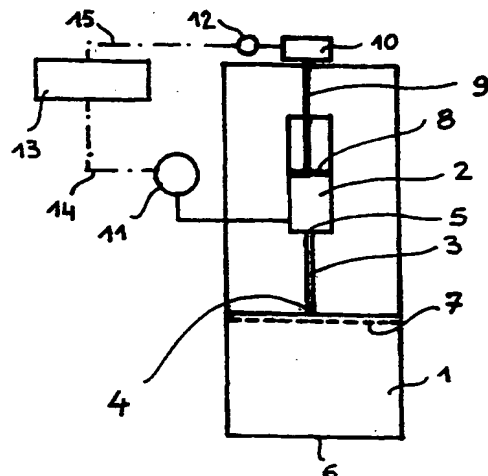
Publiée:

— Sans rapport de recherche internationale, sera republiée
dès réception de ce rapport.

En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abrégia-
tions, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et
abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de
la Gazette du PCT.

(54) Title: METHOD AND DEVICE FOR DETERMINING THE THRESHOLD OF HEAVY FRACTION DEPOSIT
CONTAINED IN A LIQUID HYDROCARBON FLUID

(54) Titre: METHODE ET DISPOSITIF DE DETERMINATION DU SEUIL DE DEPOT DES FRACTIONS LOURDES CONTE-
NUES DANS UN FLUIDE HYDROCARBONE LIQUIDE



(57) Abstract: The invention concerns a method whereby a fluid sample is brought (1) at constant pressure P_e and temperature maintaining the heavy fractions, in particular asphaltenes, in dissolved state and/or in stable colloidal state, at the intake (4) of a capillary passage with high pressure drop. Said sample is forced to flow through the capillary conduit, at an increasing flow rate. The method consists in measuring (11) the fluid pressure P_s and the fluid flow rate D (12) at the outlet (5) of the capillary conduit and in representing the variation curve of the quantity $\Delta P = P_e - P_s$ or the quantity D as a function of the other quantity or as a function of time. The deposit pressure, characteristic of the threshold of deposit of heavy fractions, is defined as the value of pressure P_s , which corresponds to a change of the slope in the variation curve of the quantity ΔP or the quantity D .

(57) Abrégé: Un échantillon du fluide est amené (1), à pression P_e et température constantes maintenant les fractions lourdes, notamment asphaltènes, à l'état dissous et/ou à l'état colloïdal stable, à l'entrée (4) d'un passage capillaire (3) à forte perte de charge. Ledit échantillon est contraint de s'écouler à travers le conduit capillaire, avec un débit croissant. On mesure (11) la pression de fluide

P_s et le débit D (12) de fluide en sortie (5) du conduit capillaire et représente la courbe de variation de la grandeur $\Delta P = P_e - P_s$ ou de la grandeur D en fonction de l'autre grandeur ou en fonction du temps. On définit comme pression de dépôt, caractéristique du seuil de dépôt des fractions lourdes, la valeur de la pression P_s , qui correspond à un changement de la pente de la courbe de variation de la grandeur ΔP ou de la grandeur D .

WO 01/35067 A2

**5 METHODE ET DISPOSITIF DE DETERMINATION DU SEUIL DE DEPOT
DES FRACTIONS LOURDES CONTENUES DANS UN FLUIDE
HYDROCARBONE LIQUIDE**

L'invention a trait à une méthode de détermination du seuil de dépôt
10 des fractions lourdes, c'est-à-dire selon l'invention des fractions polaires
généralement asphalténiques, qui sont contenues à l'état dissous et/ou à
l'état colloïdal stable dans un fluide hydrocarboné liquide. Elle se rapporte
encore à un dispositif pour la mise en œuvre de ladite méthode.

De nombreux bruts pétroliers, notamment ceux dénommés bruts
15 pétroliers asphalténiques, sont des fluides hydrocarbonés liquides qui
renferment des quantités plus ou moins importantes de fractions lourdes à
l'état dissous et/ou à l'état colloïdal stable dans les conditions de pression et
de température auxquelles sont soumis lesdits fluides. Lorsque ces
conditions de pression et/ou de température varient, notamment lorsque la
20 pression diminue, les fractions lourdes contenues dans ces fluides ont
tendance à flocculer et à se déposer dans la formation aux abords des puits,
dans les puits et dans les installations de production et de transfert desdits
fluides. Ainsi, quand on exploite un gisement d'hydrocarbures renfermant
des fractions lourdes et généralement avant d'atteindre le point de bulle, la
25 stabilité de ces fractions diminue. Lorsque le seuil de saturation est atteint

les fractions lourdes flocculent et se déposent, ce qui peut provoquer le colmatage des milieux poreux ainsi que la formation de bouchons susceptibles d'occasionner des dommages sévères aux puits de production et aux installations de surface.

5 Pour les producteurs de pétrole, qui ont à extraire et à acheminer, par des puits de production et des réseaux de conduites, des fluides hydrocarbonés liquides consistant en bruts pétroliers renfermant des fractions lourdes, par exemple bruts pétroliers asphalténiques, issus de champs de production, il est donc important d'avoir une connaissance
10 précise des seuils de pression en deçà desquels les fractions lourdes se déposent, de manière à mettre en oeuvre la production et le transfert desdits fluides dans des conditions de pression et de température évitant les dépôts de fractions lourdes dans les installations ou à prévoir un traitement approprié.

15 On connaît diverses méthodes pour la détermination du seuil de dépôt des fractions lourdes, notamment asphaltènes, contenues dans des fluides hydrocarbonés liquides consistant en bruts pétroliers. Ces méthodes sont le plus souvent des méthodes optiques par transmission ou diffusion de la lumière, des méthodes conductimétriques ou encore des méthodes
20 viscosimétriques.

Les méthodes précitées font appel à la détection de la variation d'une grandeur physique, par exemple coefficient d'absorption ou absorbance des rayons lumineux dans le domaine du visible ou dans l'infra-rouge, conductivité électrique ou encore viscosité, qui résulte du changement de
25 consistance du fluide par suite de la floculation et du dépôt des fractions lourdes.

Un inconvénient majeur de telles méthodes est qu'elles ne sont pas très sélectives en ce sens qu'il n'est pas toujours aisé de relier la variation de la grandeur physique mesurée à la floculation et au dépôt des fractions lourdes et qu'elles ne sont pas toujours sensibles au dépôt d'une faible quantité de telles fractions. Certaines méthodes, comme la mesure de l'absorbance dans l'infra-rouge, sont très sensibles, mais difficiles à mettre en œuvre dans les conditions de gisement.

En outre, comme ces méthodes sont souvent mises en œuvre en laboratoire, se pose également la question de la représentativité des échantillons, sur lesquels les mesures de la grandeur physique sont réalisées. En effet, pour qu'un échantillon soit représentatif du fluide échantillonné, il est nécessaire de maintenir cet échantillon dans les conditions de pression et de température prévalant pour le fluide échantillonné, par exemple fluide de gisement, tout au long des opérations d'échantillonnage, de transport et de stockage de l'échantillon qui précèdent la mesure.

L'invention propose une méthode de détermination du seuil de dépôt des fractions lourdes, notamment asphaltènes, contenues à l'état dissous et/ou à l'état colloïdal stable dans un fluide hydrocarboné liquide, qui s'appuie sur la création d'une chute de pression de plus en plus importante liée à l'écoulement, à débit croissant, d'un échantillon dudit fluide à travers un passage capillaire. Une telle méthode présente une sélectivité et une sensibilité améliorées par rapport aux méthodes antérieures évoquées plus haut et permet de remédier aux insuffisances de ces méthodes. De plus, la méthode selon l'invention peut être mise en œuvre in situ dans les puits producteurs de fluides, notamment fluides asphalténiques, ce qui apporte également une solution au problème de la représentativité des échantillons soumis aux mesures.

La méthode selon l'invention pour la détermination du seuil de dépôt des fractions lourdes contenues à l'état dissous et/ou à l'état colloïdal stable dans un fluide hydrocarboné liquide, se caractérise en ce qu'elle consiste à :

- 5 - amener un échantillon dudit fluide, maintenu sous une pression et à une température constantes et telles que les fractions lourdes présentes dans ledit échantillon de fluide soient à l'état dissous et/ou à l'état colloïdal stable, à l'entrée d'un passage capillaire comportant une entrée et une sortie et apte à générer une chute de pression entre entrée et sortie au moins égale à la différence entre la pression de l'échantillon de fluide et
10 la pression de bulle dudit échantillon,
- établir une pression initiale de fluide en sortie du passage capillaire, sensiblement égale à la pression de l'échantillon de fluide amené à l'entrée dudit passage,
- générer, en opérant à température constante sensiblement égale à la
15 température de l'échantillon de fluide, un écoulement du fluide liquide, à débit croissant, à travers le passage capillaire, jusqu'à ce que la pression en sortie du passage capillaire ait chuté de la pression de départ à une pression prédéterminée supérieure à la pression de bulle de l'échantillon,
- mesurer la différence ΔP entre la pression du fluide à l'entrée du passage
20 capillaire et la pression P_s du fluide en sortie dudit passage capillaire et/ou ladite pression de sortie P_s , ainsi qu'une grandeur D représentative du débit de liquide s'écoulant par le passage capillaire,
- détecter un infléchissement significatif de la variation de l'une des
25 grandeurs ΔP et D en fonction du temps ou en fonction de l'autre grandeur ou d'une grandeur représentative de cette autre grandeur, et

définir comme pression de dépôt des fractions lourdes à la température d'opération, pour le fluide hydrocarboné liquide soumis à l'essai, la pression de fluide en sortie du passage capillaire qui correspond à un début dudit infléchissement, cette pression caractérisant le seuil de dépôt des fractions lourdes pour ledit fluide.

En particulier, on peut mettre en œuvre les deux dernières étapes ci-dessus de la méthode selon l'invention en représentant, sous la forme d'une courbe, la variation de l'une des grandeurs ΔP et D en fonction du temps ou en fonction de l'autre grandeur ou d'une grandeur représentative de cette autre grandeur, et en définissant comme pression de dépôt des fractions lourdes à la température d'opération, pour le fluide hydrocarboné liquide soumis à l'essai, la pression de fluide en sortie du passage capillaire qui correspond à un début de changement de la pente de la courbe de variation de la grandeurs ΔP ou de la grandeur D .

Selon un mode de réalisation, le passage capillaire est rempli d'une phase stationnaire qui peut être choisie, par exemple, parmi les phases stationnaires utilisées en chromatographie liquide haute pression.

Qu'il soit garni d'une phase stationnaire ou exempt d'une telle phase, le passage capillaire présente un volume de vide avantageusement compris entre $1 \mu\text{l}$ et $5000 \mu\text{l}$ et plus particulièrement allant de $10 \mu\text{l}$ à $100 \mu\text{l}$.

La pression de l'échantillon liquide amené à l'entrée du passage capillaire peut varier assez largement et peut être comprise notamment entre 5 bar et 1500 bar.

Le volume d'échantillon liquide balayant le capillaire, au cours de l'opération, représente avantageusement 50 à 500 000 et de préférence 10 000 à 100 000 fois le volume de vide du capillaire.

Dans une première forme de mise en œuvre de la méthode selon l'invention, on génère l'écoulement de liquide, à débit croissant, à travers le passage capillaire en faisant décroître la pression P_s en sortie du passage capillaire, en continu ou par paliers, selon un profil prédéterminé en fonction du temps, pour passer de la pression de sortie initiale à la pression
5 prédéterminée supérieure à la pression de bulle de l'échantillon et l'on enregistre la variation de la grandeur D , représentative du débit de liquide s'écoulant par le passage capillaire, en fonction du temps, lorsque la pression P_s décroît par paliers, ou en fonction de ΔP ou de P_s , lorsque la
10 pression P_s décroît en continu, pour produire la courbe à partir de laquelle on définit la pression de dépôt des fractions lourdes.

La décroissance de la pression en sortie du passage capillaire peut être réalisée, en particulier, avec une vitesse comprise entre 0,1 et 50 bar par minute et plus spécialement allant de 0,5 à 10 bar par minute.

15 Dans une deuxième forme de mise en œuvre de la méthode selon l'invention, on génère l'écoulement de liquide, à débit croissant, à travers le passage capillaire en soutirant le liquide à la sortie dudit passage capillaire, avec un débit croissant, en continu ou par paliers, selon une loi
20 prédéterminée en fonction du temps, pour passer de la pression de sortie initiale à la pression prédéterminée supérieure à la pression de bulle de l'échantillon et l'on enregistre la variation de la grandeur ΔP , représentative de la différence entre la pression du fluide à l'entrée du passage capillaire et la pression P_s du fluide en sortie dudit passage capillaire, en fonction du
25 temps, lorsque le débit de liquide soutiré croît par paliers, ou en fonction de la grandeur D , lorsque ledit débit croît en continu, pour produire la courbe à partir de laquelle on définit la pression de dépôt des fractions lourdes.

Sur les courbes utilisées pour définir la pression de dépôt des fractions lourdes, on peut également mesurer la vitesse de variation de la

pente de la portion desdites courbes commençant au point correspondant à la pression de dépôt des fractions lourdes, laquelle vitesse donne une indication de la rapidité des dépôts desdites fractions lourdes.

La méthode selon l'invention peut être encore utilisée pour évaluer l'efficacité d'un additif à inhiber ou retarder la formation des dépôts de fractions lourdes contenues dans un fluide hydrocarboné liquide extrait d'un gisement. Pour ce faire, en opérant dans des conditions de pression et de température représentatives de celles du gisement, on injecte des quantités déterminées de l'additif dans le fluide hydrocarboné à étudier, avant l'introduction dudit fluide dans le passage capillaire, et l'on met ensuite en œuvre la méthode comme indiqué plus haut, pour produire les courbes utilisées pour définir la pression de dépôt des fractions lourdes. L'efficacité de l'additif peut alors être évaluée à deux niveaux, à savoir (i) au niveau du déplacement du point des courbes correspondant à la pression de dépôt des fractions lourdes et (ii) au niveau de la rapidité des dépôts, mesurée par la vitesse de variation de la pente de la portion de courbe commençant audit point correspondant à la pression de dépôt desdites fractions lourdes.

Selon une forme particulière d'exécution, la méthode selon l'invention est mise en œuvre au sein du fluide hydrocarboné liquide renfermant des fractions lourdes, notamment asphaltènes, à l'état dissous et/ou à l'état colloïdal stable, l'entrée du passage capillaire étant alors directement au contact dudit fluide.

Un dispositif pour la mise en œuvre de la méthode selon l'invention se caractérise en ce qu'il comporte :

- 25 - une chambre d'entrée pour un liquide, équipée de moyens d'amenée et de maintien à pression constante dudit liquide dans ladite chambre,

- une chambre de sortie, équipée de moyens assurant la génération d'un écoulement de liquide, à débit croissant, et permettant d'imposer audit écoulement un débit ou une pression variant en continu ou par paliers, et munie de moyens de mesure de la pression du liquide dans cette
5 chambre et d'une grandeur D représentative du débit de liquide en écoulement,
- un conduit capillaire présentant une entrée et une sortie et connecté, par son entrée, à la chambre d'entrée et, par sa sortie, à la chambre de
10 sortie, ledit conduit capillaire étant apte à générer une chute de pression entre son entrée et sa sortie au moins égale à la différence entre la pression du liquide dans la chambre d'entrée et la pression de bulle de ce liquide.

Le dispositif selon l'invention peut encore comporter des moyens de maintien à température constante de ses éléments.

- 15 Le conduit capillaire peut être rempli d'une phase stationnaire, qui peut être choisie comme indiqué plus haut pour le passage capillaire.

Qu'il soit garni d'une phase stationnaire ou exempt d'une telle phase, le conduit capillaire présente un volume de vide avantageusement compris entre 1 μl et 5000 μl et plus particulièrement allant de 10 μl à 100 μl .

- 20 Les moyens de maintien du liquide à pression constante dans la chambre d'entrée peuvent consister, par exemple, en une pompe à piston asservie à ladite pression constante.

- 25 Selon une forme de réalisation particulière, qui est tout spécialement intéressante pour une mise en œuvre de la méthode au sein du fluide hydrocarboné liquide, la chambre d'entrée du dispositif présente une extrémité ouverte à l'opposé de l'entrée du conduit capillaire, ce qui tient lieu

de moyens d'amenée et de maintien à pression constante du liquide contenu dans ladite chambre, lorsque cette chambre est immergée dans le fluide hydrocarboné liquide. Dans cette forme de réalisation, un filtre est avantageusement interposé entre l'extrémité ouverte de la chambre d'entrée et l'entrée du conduit capillaire, afin d'éviter l'entraînement de particules solides.

Les moyens, qui équipent la chambre de sortie et assurent la génération d'un écoulement de liquide à débit croissant en continu ou par paliers, peuvent consister (i) en moyens de soutirage de liquide à débit aval contrôlé et croissant en continu ou par paliers, par exemple pompe à débit aval contrôlé et croissant en continu ou par paliers ou (ii) en moyens de soutirage à pression aval contrôlée et décroissant en continu ou par paliers, par exemple vanne de laminage ou pompe à pression contrôlée et décroissant en continu ou par paliers.

En particulier, la chambre de sortie, équipée de moyens de soutirage de liquide à débit croissant en continu ou par paliers, est constituée d'une chambre cylindrique dans laquelle coulisse un piston, qui se déplace en translation soit sous l'action d'un système d'entraînement agencé pour opérer à vitesse croissant en continu ou par paliers, soit par application d'une pression décroissant en continu ou par paliers. Ladite chambre est équipée d'un capteur de pression et de moyens de mesure de la vitesse de déplacement du piston, laquelle vitesse est fonction du débit de liquide soutiré et, par exemple, proportionnelle audit débit.

Selon une autre forme de réalisation, on peut également constituer la chambre de sortie et ses équipements par la portion aval du conduit capillaire, équipée d'une vanne de régulation de pression, commandée par un régulateur à consigne variable, d'un capteur de pression connecté au

régulateur et d'un débitmètre, disposé en amont de la vanne, l'entrée de ladite vanne représentant la sortie du conduit capillaire.

Le dispositif peut encore comporter des moyens additionnels associés aux moyens de mesure de pression dans la chambre de sortie et aux
5 moyens de mesure de la grandeur D représentative du débit de liquide et agencés pour détecter un infléchissement significatif de la variation de l'une des grandeurs ΔP et D en fonction du temps ou en fonction de l'autre grandeur ou d'une grandeur représentative de cette autre grandeur, la grandeur ΔP représentant la différence de pression entre les pressions dans
10 les chambres d'entrée et de sortie, c'est-à-dire la différence de pression entre l'entrée et la sortie du conduit capillaire.

En particulier, lesdits moyens additionnels, associés aux moyens de mesure de pression dans la chambre de sortie et aux moyens de mesure de la grandeur D représentative du débit de liquide, peuvent être des moyens
15 d'enregistrement produisant des enregistrements, en fonction du temps, desdites pression et grandeur D représentative du débit et/ou produisant la courbe de variation de la grandeur ΔP en fonction de ladite grandeur D ou en fonction du temps ou la courbe de variation de ladite grandeur D en fonction du temps ou en fonction de ΔP ou de la pression P_s dans la chambre de
20 sortie.

Le dispositif selon l'invention, pour lequel la chambre d'entrée présente une extrémité ouverte à l'opposé de l'entrée du conduit capillaire et comporte, éventuellement, un filtre interposé entre ladite extrémité ouverte et l'entrée du conduit capillaire, peut être avantageusement intégré dans un
25 échantillonneur de fond susceptible d'être descendu dans un puits produisant le fluide hydrocarboné renfermant des fractions lourdes, notamment asphaltènes, en réalisant cette intégration de telle sorte que l'extrémité ouverte de la chambre d'entrée soit apparente.

L'invention sera mieux comprise à la lecture de la description donnée ci-après d'un de ses modes de mise en œuvre donné à titre non limitatif et faisant référence aux figures du dessin annexé, sur lequel :

- 5 - la figure 1 montre une vue schématique d'un dispositif pour la mise en œuvre in situ de la méthode selon l'invention ;
- la figure 2a représente un diagramme de la variation de la différence de pression ΔP en fonction d'une grandeur représentative du débit de liquide soutiré ;
- la figure 2b représente un diagramme de la variation du débit de liquide
10 soutiré en fonction de la pression P_s dans la chambre de sortie ;
- la figure 3a représente un diagramme de la variation de la différence de pression ΔP en fonction du temps pour une variation par paliers du débit de liquide soutiré ;
- la figure 3b représente un diagramme de la variation du débit de liquide
15 soutiré en fonction du temps, pour une variation par paliers de la différence de pression ΔP ;
- la figure 4 schématise une variante du dispositif de la figure 1 ; et
- la figure 5 représente une vue schématique d'un dispositif pour la mise en œuvre de la méthode selon l'invention en laboratoire.

20 Le dispositif représenté sur la figure 1 comporte une chambre d'entrée 1 pour un liquide, une chambre de sortie 2 pour un liquide et un conduit capillaire 3, ledit conduit capillaire présentant une entrée 4 et une sortie 5 et étant connecté, par son entrée, à la chambre d'entrée et, par sa sortie, à la chambre de sortie.

La chambre d'entrée 1, de forme cylindrique, présente une extrémité ouverte à l'opposé de l'entrée 4 du conduit capillaire et comporte un filtre 7, qui est interposé entre ladite entrée ouverte et l'entrée 4 du conduit capillaire.

- 5 Le conduit capillaire 3 est choisi pour être apte à générer une chute de pression entre son entrée et sa sortie au moins égale à la différence entre la pression du liquide dans la chambre d'entrée et la pression de bulle de ce liquide. Par exemple, si la pression initiale du fluide hydrocarboné liquide produit par un réservoir d'hydrocarbures est égale à 450 bar et que la
- 10 pression de bulle dudit fluide est égale à 200 bar, le conduit capillaire est choisi pour être apte à générer une chute de pression entre son entrée et sa sortie au moins égale à 250 bar. Le conduit capillaire 3 peut être rempli d'une phase stationnaire ou au contraire être exempt d'une telle phase. Dans l'un ou l'autre cas, le volume de vide dans le conduit capillaire est compris
- 15 entre 1 μ l et 5000 μ l et se situe plus particulièrement de 10 μ l à 100 μ l.

- La chambre de sortie 2 est structurée pour le soutirage de liquide et consiste en une chambre cylindrique, dans laquelle coulisse un piston 8, qui est prolongé par une tige 9 associée à un système d'entraînement 10 comportant un moteur et permettant un entraînement en translation du
- 20 piston à vitesse croissant en continu ou par paliers. La chambre 2 est équipée d'un capteur de pression 11 et le système d'entraînement du piston en translation est associé à un capteur 12 pour la mesure de la vitesse de déplacement du piston, laquelle vitesse est fonction du débit de liquide soutiré et, par exemple proportionnelle à ce débit.

- 25 Le dispositif est associé à un système d'enregistrement 13, auquel sont connectés, par leurs sorties respectives 14 et 15, le capteur de pression 11 et le capteur 12 de vitesse de déplacement du piston, lequel système d'enregistrement produit des enregistrements, en fonction du temps,

desdites pression et vitesse et/ou produit un diagramme de la variation de la différence de pression ΔP entre les pressions dans les chambres d'entrée et de sortie, c'est-à-dire la différence de pression entre l'entrée et la sortie du conduit capillaire, en fonction de ladite vitesse V ou en fonction du temps.

5 Le dispositif, qui vient d'être décrit, est utilisé comme indiqué ci-après pour une détermination in situ du seuil de dépôt des fractions lourdes, notamment asphaltènes contenues, à l'état dissous et/ou à l'état colloïdal, dans un fluide hydrocarboné liquide sous pression élevée produit par un puits foré dans un gisement d'hydrocarbures.

10 Pour ce faire, le dispositif, intégré dans un échantillonneur de fond de telle sorte que l'extrémité ouverte 6 de la chambre d'entrée 1 soit apparente, est descendu dans le puits produisant le fluide hydrocarboné renfermant des fractions lourdes et notamment des asphaltènes.

15 Préalablement à la descente du dispositif dans le puits, le conduit capillaire 3 et la chambre de sortie 2 sont remplis d'un solvant des fractions lourdes, notamment asphaltènes.

20 Lorsque l'échantillonneur portant le dispositif selon l'invention est en place dans le puits, la chambre d'entrée 1 du dispositif se remplit, par son extrémité ouverte 6, de fluide hydrocarboné à étudier. Le filtre 7, présent dans la chambre d'entrée 1, retient les particules éventuellement entraînées par le fluide et qui seraient susceptibles d'obturer le conduit capillaire. Le fluide présent dans la chambre d'entrée 1 se trouve, pendant toute la durée de la mesure, sous une pression et à une température constantes, qui sont 25 celles prévalant dans le puits renfermant le fluide hydrocarboné à étudier et pour lesquelles les fractions lourdes, notamment asphaltènes, contenues dans ledit fluide sont à l'état dissous et/ou à l'état colloïdal stable. La

température de l'ensemble du dispositif reste également constante et égale à ladite température du fluide en fond de puits.

La pression dans la chambre de sortie 2 est alors ajustée, par déplacement du piston 8, à une valeur égale à celle de la pression du fluide remplissant la chambre d'entrée 1.

Au moyen du système d'entraînement 10, le piston 8, dont la position détermine le volume de la chambre 2, est alors déplacé à vitesse croissante faible, par exemple correspondant à un débit de 0,01 à 10 ml/min, dans le sens d'une augmentation de volume de la chambre de sortie 2, de manière à créer un écoulement de fluide en continu dans le conduit capillaire 3. Le déplacement du piston entraîne une chute progressive de la pression du liquide dans la chambre de sortie 2, c'est-à-dire à la sortie du conduit capillaire 3. On mesure la pression dans la chambre 2, à l'aide du capteur de pression 11, ainsi que la vitesse V de déplacement du piston 8, à l'aide du capteur de vitesse 12, laquelle vitesse est fonction du débit de fluide traversant le conduit capillaire et, par exemple proportionnelle à ce débit. Les signaux 14 respectivement 15, délivrés par le capteur de pression 11 et le capteur de vitesse 12, sont enregistrés dans un système enregistreur 13, lequel système élabore, entre autres, une courbe telle que celle montrée sur la figure 2a et représentant la variation de la différence ΔP entre les pressions du fluide respectivement à l'entrée 4 et à la sortie 5 du conduit capillaire en fonction de la vitesse V de déplacement du piston, qui est, dans ce cas proportionnelle au débit de liquide soutiré par le conduit capillaire 3. Comme représenté sur la figure 2a, la pression en sortie du conduit capillaire 3, c'est-à-dire la pression dans la chambre de sortie 2, a été réduite de la valeur de départ, égale à la pression du fluide prévalant dans la chambre d'entrée 1, jusqu'à la pression de bulle dudit fluide.

Si le fluide traversant le conduit capillaire ne renfermait pas de fractions lourdes, notamment asphaltènes, aucun dépôt ne se formerait dans ledit conduit et la différence de pression ΔP augmenterait de façon régulière avec le débit de liquide soutiré, c'est-à-dire avec la vitesse de déplacement du piston. La courbe représentative de la variation de la différence de pression ΔP en fonction de la vitesse V aurait l'allure régulière de la courbe pointillée 20 de la figure 2a, sur laquelle le point C donne la position du point de bulle.

En revanche, lorsque le fluide entrant dans le conduit capillaire renferme des fractions lourdes, notamment asphaltènes, à l'état dissous et/ou à l'état colloïdal stable, la chute de pression en sortie du conduit capillaire se traduit par une diminution de la solubilité des fractions lourdes, notamment asphaltènes, dans le fluide traversant le conduit capillaire. Lorsque le seuil de saturation est atteint, les fractions lourdes, notamment asphaltènes, flocculent et se déposent sur la paroi interne du conduit capillaire et également sur la phase stationnaire, lorsqu'elle est présente, et colmatent ledit conduit. Du fait du colmatage du conduit capillaire par les fractions lourdes, notamment asphaltènes, la grandeur ΔP ne suit plus la même loi de variation en fonction de la vitesse V qu'avant le colmatage et augmente beaucoup plus rapidement. Il en résulte un changement de pente au point B, sur la courbe de la figure 2a représentant la variation de la différence de pression ΔP en fonction de la vitesse V , entre la partie 21 de ladite courbe correspondant à la situation avant colmatage du conduit capillaire 3 et la partie 22 de cette courbe correspondant à la situation après colmatage.

La pression P_d déterminée, à partir de la valeur $(\Delta P)_d$ au point B (point de dépôt) de la courbe, par la relation $P_d = P_e - (\Delta P)_d$, où P_e représente la pression du liquide dans la chambre d'entrée 1, définit la pression de dépôt

des fractions lourdes, notamment asphaltènes, à la température d'opération pour le fluide étudié, ladite pression caractérisant le seuil de dépôt des fractions lourdes, notamment asphaltènes, contenues dans ledit fluide.

On peut encore envisager d'augmenter par paliers le débit de liquide
5 soutiré par le conduit capillaire. En l'absence d'un colmatage du capillaire résultant du dépôt de fractions lourdes, la différence de pression ΔP prend une valeur sensiblement constante à chaque palier de débit. Par contre, lorsque les fractions lourdes, notamment asphaltènes, commencent à se
10 déposer, on observe une instabilité de la différence de pression ΔP , c'est-à-dire une augmentation de cette différence avec le temps pour un palier de débit donné. Ce comportement peut être mis en évidence en enregistrant la différence de pression ΔP en fonction du temps. Sur l'enregistrement obtenu, qui a une allure de courbe étagée similaire à celle représentée sur la figure
15 3a, on peut encore définir une valeur $(\Delta P)_0$, au point D de la courbe étagée qui correspond au début du premier palier d'instabilité de pression 25i. Cette valeur $(\Delta P)_0$ permet, comme indiqué plus haut, de définir la pression P_0 de dépôt des fractions lourdes, notamment asphaltènes, à la température d'opération pour le fluide étudié, qui caractérise le seuil de dépôt des fractions lourdes, notamment asphaltènes, contenues dans ledit fluide.

20 Dans une variante, on utilisait un dispositif similaire à celui représenté sur la figure 4, qui diffère du dispositif schématisé sur la figure 1 en constituant la chambre de sortie 2 et ses équipements par la portion aval 30 du conduit capillaire 3, équipée d'une vanne 31 de régulation de pression, commandée par un régulateur 32 à consigne variable, d'un capteur de
25 pression 33, connecté par une sortie 34 au régulateur et à l'enregistreur 13, et d'un débitmètre 35, disposé en amont de la vanne 31 et connecté par une sortie 36 audit enregistreur. L'entrée de la vanne 31 représente la sortie 5 du conduit capillaire.

Le dispositif de la figure 4 fonctionne de manière analogue au dispositif de la figure 1. La pression P_s dans la portion aval 30 du conduit capillaire 3, qui joue le rôle de chambre de sortie, est ajustée initialement à une valeur légèrement inférieure à celle de la pression du fluide remplissant la chambre d'entrée 1. En actionnant la vanne 31, on diminue progressivement la pression P_s du fluide de manière à créer un écoulement à débit croissant dans le conduit capillaire 3. On mesure la pression et le débit de liquide dans la portion 30 du conduit capillaire 3, à l'entrée de la vanne 31, à l'aide du capteur de pression 33 et du débitmètre 35, respectivement. Les signaux 34 et 36, délivrés, respectivement, par le capteur de pression 33 et le débitmètre 35, sont enregistrés dans le système enregistreur 13, lequel système élabore, entre autres, une courbe telle que celle montrée sur la figure 2b et représentant la variation du débit D de liquide, s'écoulant par le conduit capillaire 3, en fonction de la différence ΔP entre les pressions du fluide respectivement à l'entrée 4 et à la sortie 5 du conduit capillaire. On pourrait encore former une courbe équivalente en représentant la variation du débit D de liquide, s'écoulant par le conduit capillaire 3, en fonction de la pression P_s du fluide à la sortie 5 du conduit capillaire.

Si le fluide traversant le conduit capillaire ne renfermait pas de fractions lourdes, notamment asphaltènes, aucun dépôt ne se formerait dans ledit conduit et le débit de liquide s'écoulant par ledit conduit augmenterait de façon régulière avec la différence de pression ΔP . La courbe représentative de la variation du débit de liquide, s'écoulant par le conduit capillaire 3, en fonction de la différence de pression ΔP aurait l'allure régulière de la courbe pointillée 40 de la figure 2b, sur laquelle le point C donne la position du point de bulle.

En revanche, lorsque le fluide entrant dans le conduit capillaire renferme des fractions lourdes, notamment asphaltènes, à l'état dissous

et/ou à l'état colloïdal stable, la chute de pression en sortie du conduit capillaire se traduit par une diminution de la solubilité des fractions lourdes, notamment asphaltènes, dans le fluide traversant le conduit capillaire. Lorsque le seuil de saturation est atteint, les fractions lourdes, notamment asphaltènes, flocculent et se déposent sur la paroi interne du conduit capillaire et également sur la phase stationnaire, lorsqu'elle est présente, et colmatent ledit conduit. Du fait du colmatage du conduit capillaire par les fractions lourdes, notamment asphaltènes, le débit de liquide s'écoulant par ce conduit ne suit plus la même loi de variation en fonction de la grandeur ΔP qu'avant le colmatage et augmente moins rapidement. Il en résulte, sur la courbe de la figure 2b représentant la variation du débit D de liquide, s'écoulant par le conduit capillaire 3, en fonction de la différence de pression ΔP , un changement de pente au point E entre la partie 41 de ladite courbe correspondant à la situation avant colmatage du conduit capillaire 3 et la partie 42 de cette courbe correspondant à la situation après colmatage.

La pression P_d déterminée, à partir de la valeur $(\Delta P)_d$ au point E (point de dépôt) de la courbe, par la relation $P_d = P_e - (\Delta P)_d$, où P_e représente la pression du liquide dans la chambre d'entrée 1, définit la pression de dépôt des fractions lourdes, notamment asphaltènes, à la température d'opération pour le fluide étudié, ladite pression caractérisant le seuil de dépôt des fractions lourdes, notamment asphaltènes, contenues dans ledit fluide.

On peut encore envisager d'augmenter par paliers la différence ΔP entre les pressions du fluide respectivement à l'entrée 4 et à la sortie 5 du conduit capillaire. En l'absence d'un colmatage du capillaire résultant du dépôt de fractions lourdes, le débit de liquide soutiré par le conduit capillaire 3 prend une valeur sensiblement constante à chaque palier de ΔP . Par contre, lorsque les fractions lourdes, notamment asphaltènes, commencent à se déposer, on observe une instabilité du débit, c'est-à-dire une diminution

dudit débit avec le temps pour un palier de ΔP donné. Ce comportement peut être mis en évidence en enregistrant le débit D de liquide soutiré par le conduit capillaire 3 en fonction du temps. Sur l'enregistrement obtenu, qui a une allure de courbe étagée similaire à celle représentée sur la figure 3b, on peut encore définir une valeur $(\Delta P)_d$, au point F de la courbe étagée qui correspond au début du premier palier d'instabilité de débit 45i. Cette valeur $(\Delta P)_d$ permet, comme indiqué plus haut, de définir la pression P_d de dépôt des fractions lourdes, notamment asphaltènes, à la température d'opération pour le fluide étudié, qui caractérise le seuil de dépôt des fractions lourdes, notamment asphaltènes, contenues dans ledit fluide.

A partir des courbes utilisées pour définir la pression de dépôt des fractions lourdes, on peut également obtenir une indication de la rapidité du dépôt desdites fractions lourdes.

Comme on peut le voir par exemple sur la courbe de la figure 2a ou sur la courbe de la figure 2b, la portion de courbe commençant au point correspondant à la pression de dépôt des fractions lourdes, par exemple portion 22 sur la figure 2a ou portion 42 sur la figure 2b, a une pente qui augmente (portion 22) ou qui diminue (portion 42) au fur et à mesure du colmatage du conduit capillaire 3 par les fractions lourdes qui s'y déposent. En conséquence, la vitesse de variation de la pente de la portion de courbe commençant au point correspondant à la pression de dépôt des fractions lourdes, par exemple vitesse d'augmentation de la pente de la portion 22 sur la figure 2a ou vitesse de diminution de la pente de la portion 42 sur la figure 2b, fournit une indication sur la rapidité du dépôt des fractions lourdes dans le conduit capillaire 3, le dépôt étant d'autant plus rapide que ladite vitesse est élevée.

Le dispositif représenté sur la figure 5 comporte une chambre d'entrée 1 pour un liquide, une chambre de sortie 2 pour un liquide et un conduit

capillaire 3, ledit conduit capillaire présentant une entrée 4 et une sortie 5 et étant connecté, par son entrée, à la chambre d'entrée et, par sa sortie, à la chambre de sortie.

La chambre d'entrée 1 consiste en une chambre cylindrique, dans laquelle coulisser un piston 50, qui est prolongé par une tige 51 associée à un système d'entraînement 52 comportant un moteur et permettant un entraînement en translation du piston. La chambre 1 est en outre équipée d'un conduit 53 pourvu d'une vanne de fermeture 54, pour l'introduction de l'échantillon de fluide à étudier, et d'un capteur de pression 55. Un régulateur 56 en liaison avec le système 52 d'entraînement du piston en translation et recevant des informations du capteur de pression 55 contrôle la vitesse de déplacement du piston, de manière à maintenir la pression du fluide dans la chambre 1 à une valeur prédéterminée.

Le conduit capillaire 3 est choisi, comme indiqué précédemment, pour être apte à générer une chute de pression entre son entrée et sa sortie au moins égale à la différence entre la pression du liquide dans la chambre d'entrée et la pression de bulle de ce liquide. Le conduit capillaire 3 peut être rempli d'une phase stationnaire ou au contraire être exempt d'une telle phase et, dans l'un ou l'autre cas, il présente un volume de vide ayant une valeur telle que précisée plus haut.

La chambre de sortie 2 consiste en une chambre cylindrique, dans laquelle coulisser un piston 8, qui est prolongé par une tige 9 associée à un système d'entraînement 10 comportant un moteur et permettant un entraînement en translation du piston à vitesse imposée croissant en continu ou par paliers, ce qui correspond à un soutirage de fluide hors du capillaire 3 avec un débit imposé croissant en continu ou par paliers. La chambre 2 est équipée d'un capteur de pression 11 et le système d'entraînement du piston en translation est associé à un capteur 12 pour la mesure de la vitesse de

déplacement du piston, laquelle vitesse est fonction du débit de liquide soutiré et, par exemple proportionnelle à ce débit.

La chambre 2 est munie également d'un conduit 57 pourvu d'une vanne de fermeture 58, pour l'introduction de liquide dans ladite chambre.

5 Dans une variante, le piston est entraîné, non plus pour assurer un soutirage de liquide hors du conduit capillaire à vitesse imposée, mais pour assurer un soutirage de liquide hors du conduit capillaire à pression imposée, décroissant en continu ou par paliers. Pour ce faire, par exemple, un régulateur 59 en liaison avec le système 10 d'entraînement du piston 8
10 en translation et recevant des informations du capteur de pression 11 contrôle le déplacement du piston, de manière à assurer la décroissance de la pression du fluide dans la chambre 2 selon le profil déterminé.

Le dispositif est associé à un système d'enregistrement 13, auquel sont connectés, par leurs sorties respectives 14 et 15, le capteur de pression 11 et le capteur 12 de vitesse de déplacement du piston ou de débit, lequel
15 système d'enregistrement produit des enregistrements, en fonction du temps, desdites pression et vitesse ou débit et/ou produit un diagramme de la variation de la différence de pression ΔP entre les pressions dans les
chambres d'entrée et de sortie, c'est-à-dire la différence de pression entre
20 l'entrée et la sortie du conduit capillaire, en fonction du temps ou de ladite vitesse ou un diagramme de la variation du débit de liquide soutiré en fonction du temps ou de la grandeur ΔP .

Le dispositif, qui vient d'être décrit, est utilisable comme indiqué ci-après pour une détermination en laboratoire du seuil de dépôt des fractions
25 lourdes, notamment asphaltènes contenues, à l'état dissous et/ou à l'état colloïdal, dans un fluide hydrocarboné liquide sous pression élevée produit par un puits foré dans un gisement d'hydrocarbures.

Pour ce faire, le conduit capillaire 3 et la chambre de sortie 2 sont remplis d'un solvant des fractions lourdes, notamment asphaltènes, introduit par le conduit 57 de la chambre 2.

Un échantillon du fluide hydrocarboné renfermant des fractions
5 lourdes et notamment des asphaltènes est introduit, par le conduit 53, dans la chambre d'entrée 1 et la pression du fluide dans ladite chambre est ajustée à la valeur désirée, par exemple égale à la pression prévalant dans le puits renfermant le fluide hydrocarboné à étudier.

Le dispositif est placé dans une enceinte thermostatée, non
10 représentée sur la figure 5, assurant son maintien à la température choisie, par exemple égale à la température du fluide en fond de puits.

La pression dans la chambre de sortie 2 est alors ajustée, par déplacement du piston 8, à une valeur égale à celle de la pression du fluide remplissant la chambre d'entrée 1.

15 Au moyen du système d'entraînement 10, le piston 8, dont la position détermine le volume de la chambre 2, est alors déplacé dans le sens d'une augmentation du volume de la chambre de sortie 2, de manière à créer un écoulement de fluide en continu dans le conduit capillaire 3. Le déplacement du piston est contrôlé pour assurer un soutirage de liquide hors du conduit
20 capillaire soit à débit croissant en continu ou par paliers selon un profil imposé, soit à pression décroissant en continu ou par paliers selon un profil imposé.

Le déplacement du piston entraîne une chute progressive de la pression du liquide dans la chambre de sortie 2, c'est-à-dire à la sortie du
25 conduit capillaire 3. On mesure la pression dans la chambre 2, à l'aide du capteur de pression 11, ainsi que la vitesse de déplacement du piston 8, à l'aide du capteur de vitesse 12, laquelle vitesse est fonction du débit de

fluide traversant le conduit capillaire et, par exemple proportionnelle à ce débit. Les signaux 14 respectivement 15, délivrés par le capteur de pression 11 et le capteur de vitesse 12, sont enregistrés dans un système enregistreur 13, lequel système élabore, entre autres, des courbe comparables à celles représentées sur les figures 2a, 2b, 3a et 3b discutées plus haut.

Le dispositif de la figure 5 peut être avantageusement utilisé pour évaluer l'efficacité d'un additif à inhiber ou à retarder la formation des dépôts de fractions lourdes contenues dans un fluide hydrocarboné liquide extrait d'un gisement. Pour ce faire, en opérant dans des conditions de pression et de température représentatives de celles du gisement, on injecte des quantités déterminées de l'additif dans un échantillon du fluide hydrocarboné à étudier, avant l'introduction dudit échantillon dans la chambre d'entrée 1 du dispositif, et l'on met ensuite en oeuvre la méthode selon l'invention dans ledit dispositif comme indiqué plus haut, pour produire les courbes utilisées pour définir la pression de dépôt des fractions lourdes. L'efficacité de l'additif peut alors être évaluée à deux niveaux, à savoir (i) au niveau du déplacement du point des courbes correspondant à la pression de dépôt des fractions lourdes et (ii) au niveau de la rapidité des dépôts, mesurée par la vitesse de variation de la pente de la portion de courbe commençant audit point correspondant à la pression de dépôt des fractions lourdes.

Ainsi, lorsque la présence d'un additif dans le fluide étudié conduit à un déplacement du points B sur la figure 2a, E sur la figure 2b, D sur la figure 3a et F sur la figure 3b, vers des ΔP supérieurs, ceci signifie que cet additif joue un rôle favorable sur l'élargissement de la plage de pressions pour laquelle les fractions lourdes restent à l'état dissous et/ou à l'état colloïdal stable dans ledit fluide.

D'autre part, la diminution de la vitesse de variation de la pente de la portion de courbe commençant au point correspondant à la pression de dépôt des fractions lourdes, par exemple vitesse d'augmentation de la pente de la portion 22 sur la figure 2a ou vitesse de diminution de la pente de la portion 42 sur la figure 2b, traduit également l'effet favorable de l'additif à inhiber ou à retarder la formation des dépôts de fractions lourdes contenues dans le fluide.

REVENDICATIONS

1 - Méthode de détermination du seuil de dépôt des fractions lourdes
contenues à l'état dissous et/ou à l'état colloïdal stable dans un fluide
5 hydrocarboné liquide, caractérisée en ce qu'elle consiste à :

- 10 - amener un échantillon dudit fluide, maintenu sous une pression et à une température constantes et telles que les fractions lourdes présentes dans ledit échantillon de fluide soient à l'état dissous et/ou à l'état colloïdal stable, à l'entrée d'un passage capillaire comportant une entrée et une sortie et apte à générer une chute de pression entre entrée et sortie au moins égale à la différence entre la pression de l'échantillon de fluide et la pression de bulle dudit échantillon,
- 15 - établir une pression initiale de fluide en sortie du passage capillaire, égale à la pression de l'échantillon de fluide amené à l'entrée dudit passage,
- 20 - générer, en opérant à température constante égale à la température de l'échantillon de fluide, un écoulement du fluide liquide, à débit croissant, à travers le passage capillaire, jusqu'à ce que la pression en sortie du passage capillaire ait chuté de la pression de départ à une pression prédéterminée supérieure à la pression de bulle de l'échantillon,
- mesurer la différence ΔP entre la pression du fluide à l'entrée du passage capillaire et la pression P_s du fluide en sortie dudit passage capillaire et/ou ladite pression de sortie P_s , ainsi qu'une grandeur D représentative du débit de liquide s'écoulant par le passage capillaire,

- détecter un infléchissement significatif de la variation de l'une des grandeurs ΔP et D en fonction du temps ou en fonction de l'autre grandeur ou d'une grandeur représentative de cette autre grandeur, et
 - définir comme pression de dépôt des fractions lourdes à la température d'opération, pour le fluide hydrocarboné liquide soumis à l'essai, la pression de fluide en sortie du passage capillaire qui correspond à un début dudit infléchissement, cette pression caractérisant le seuil de dépôt des fractions lourdes pour ledit fluide.
- 5

2 - Méthode selon la revendication 1, caractérisée en ce que le passage capillaire est rempli d'une phase stationnaire.

10

3 - Méthode selon la revendication 1 ou 2, caractérisée en ce que le passage capillaire présente un volume de vide compris entre 1 μl et 5000 μl et plus particulièrement allant de 10 μl à 100 μl .

4 - Méthode selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que la pression de l'échantillon liquide amené à l'entrée du passage capillaire est comprise entre 5 bar et 1500 bar.

15

5 - Méthode selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisée en ce que le volume d'échantillon liquide balayant le passage capillaire, au cours de l'opération, représente 50 à 500 000 et de préférence 10 000 à 100 000 fois le volume de vide dudit passage capillaire.

20

6 - Méthode selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisée en ce que les deux dernières étapes de la méthode sont réalisées en représentant, sous la forme d'une courbe, la variation de l'une des grandeurs ΔP et D en fonction du temps ou en fonction de l'autre grandeur ou d'une grandeur représentative de cette autre grandeur, et en définissant comme pression de dépôt des fractions lourdes à la température d'opération, pour le fluide

25

hydrocarboné liquide soumis à l'essai, la pression de fluide en sortie du passage capillaire qui correspond à un début de changement de la pente de la courbe de variation de la grandeurs ΔP ou de la grandeur D.

7 - Méthode selon la revendication 6, caractérisée en ce que l'on génère l'écoulement de liquide, à débit croissant, à travers le passage capillaire en faisant décroître la pression P_s en sortie du passage capillaire, en continu ou par paliers, selon un profil prédéterminé en fonction du temps et en ce que l'on enregistre la variation de la grandeur D, représentative du débit de liquide s'écoulant par le passage capillaire, en fonction du temps, lorsque la pression P_s décroît par paliers, ou en fonction de ΔP ou de P_s , lorsque la pression P_s décroît en continu, pour produire la courbe à partir de laquelle on définit la pression de dépôt des fractions lourdes.

8- Méthode selon la revendication 7, caractérisée en ce que la décroissance de la pression en sortie du passage capillaire est réalisée avec une vitesse comprise entre 0,1 et 50 bar par minute et allant plus spécialement de 0,5 à 10 bar par minute.

9 - Méthode selon la revendication 6, caractérisée en ce que l'on génère l'écoulement, à débit croissant, à travers le passage capillaire en soutirant le liquide à la sortie dudit passage capillaire, avec un débit croissant en continu ou par paliers, selon une loi prédéterminée en fonction du temps et l'on enregistre la variation de la grandeur ΔP , représentative de la différence entre la pression du fluide à l'entrée du passage capillaire et la pression P_s du fluide en sortie dudit passage capillaire, en fonction du temps, lorsque le débit de liquide soutiré croît par paliers, ou en fonction de la grandeur D, lorsque ledit débit croît en continu, pour produire la courbe à partir de laquelle on définit la pression de dépôt des fractions lourdes.

10 - Méthode selon l'une des revendications 1 à 9, caractérisée en ce qu'elle est mise en œuvre in situ au sein du fluide hydrocarboné liquide renfermant des fractions lourdes, notamment asphaltènes, à l'état dissous et/ou à l'état colloïdal, l'entrée du passage capillaire étant alors directement
5 au contact dudit fluide.

11 Dispositif de détermination du seuil de floculation des fractions lourdes, contenues à l'état dissous et/ou à l'état colloïdal, dans un fluide hydrocarboné liquide, caractérisé en ce qu'il comporte :

- 10 - une chambre d'entrée (1) pour un liquide, équipée de moyens (6) d'amenée et de maintien à pression constante dudit liquide dans ladite chambre,
- 15 - une chambre de sortie (2), équipée de moyens (8, 9 10) assurant la génération d'un écoulement de liquide, à débit croissant, et permettant d'imposer audit écoulement un débit ou une pression variant en continu ou par paliers, et munie de moyens de mesure de la pression (11) du
20 liquide dans cette chambre et d'une grandeur D représentative du débit (12) de liquide en écoulement,
- un conduit capillaire (3) présentant une entrée (4) et une sortie (5) et connecté, par son entrée, à la chambre d'entrée (1) et, par sa sortie, à la
25 chambre de sortie (2), ledit conduit capillaire étant apte à générer une chute de pression entre son entrée et sa sortie au moins égale à la différence entre la pression du liquide dans la chambre d'entrée et la pression de bulle de ce liquide.

12 - Dispositif selon la revendication 11, caractérisé en ce qu'il
25 comporte des moyens de maintien à température constante de ses éléments.

13 - Dispositif selon la revendication 11 ou 12, caractérisé en ce que le conduit capillaire est rempli d'une phase stationnaire.

14 - Dispositif selon l'une des revendications 11 à 13, caractérisé en ce que le conduit capillaire présente un volume de vide compris entre 1 μl et 5000 μl et plus particulièrement allant de 10 μl et 100 μl .

15 - Dispositif selon l'une des revendications 11 à 14, caractérisé en ce que les moyens, qui équipent la chambre de sortie et assurent un écoulement de liquide à débit croissant en continu ou par paliers, consistent en moyens (8,9,10) de soutirage de liquide à débit aval contrôlé et croissant en continu ou par paliers ou en moyens (31,32) de soutirage à pression aval contrôlée et décroissant en continu ou par paliers.

16 - Dispositif selon la revendication 15, caractérisé en ce que la chambre de sortie, équipée de moyens de soutirage de liquide à débit contrôlé et croissant en continu ou par paliers, est constituée d'une chambre cylindrique dans laquelle coulisse un piston (8), qui se déplace en translation sous l'action d'un système d'entraînement (9, 10) agencé pour opérer à vitesse croissant en continu ou par paliers ou par application d'une pression décroissant en continu ou par paliers, ladite chambre étant équipée d'un capteur (11) de pression et de moyens (12) de mesure de la vitesse de déplacement du piston, laquelle vitesse est fonction du débit de liquide soutiré et, en particulier, proportionnelle audit débit.

17 - Dispositif selon la revendication 15, caractérisé en ce que la chambre de sortie et ses équipements consistent en la portion aval (30) du conduit capillaire (5), qui est équipée d'une vanne (31) de régulation de pression, commandée par un régulateur (32) à consigne variable, d'un capteur de pression (33) connecté au régulateur et d'un débitmètre (35),

disposé en amont de la vanne, l'entrée de ladite vanne représentant la sortie (5) du conduit capillaire.

18 - Dispositif selon l'une des revendications 11 à 17, caractérisé en ce qu'il comporte des moyens additionnels (13) associés aux moyens (11, 33) de mesure de pression dans la chambre de sortie et aux moyens (12, 35) de mesure de la grandeur D représentative du débit de liquide et agencés pour détecter un infléchissement significatif de la variation de l'une des grandeurs ΔP et D en fonction du temps ou en fonction de l'autre grandeur ou d'une grandeur représentative de cette autre grandeur, la grandeur ΔP représentant la différence de pression entre les pressions dans les chambres d'entrée et de sortie.

19 - Dispositif selon la revendication 18, caractérisé en ce que lesdits moyens additionnels (13), associés aux moyens de mesure de pression dans la chambre de sortie et aux moyens de mesure de la grandeur D représentative du débit de liquide, comprennent des moyens d'enregistrement produisant des enregistrements, en fonction du temps, desdites pression et grandeur représentative du débit et/ou produisant une courbe de variation de la grandeur ΔP en fonction de ladite grandeur D ou en fonction du temps ou une courbe de variation de ladite grandeur D en fonction du temps ou en fonction de ΔP ou de la pression P_s dans la chambre sortie.

20 - Dispositif selon l'une des revendications 11 à 19, caractérisé en ce que la chambre d'entrée (1) du dispositif présente une extrémité ouverte (6) à l'opposé de l'entrée du conduit capillaire, ce qui tient lieu de moyens d'amenée et de maintien à pression constante du liquide contenu dans ladite chambre, lorsque cette chambre est immergée dans le fluide hydrocarboné liquide.

21 - Dispositif selon la revendication 20, caractérisé en ce qu'un filtre (7) est interposé entre l'extrémité ouverte (6) de la chambre d'entrée (1) et l'entrée (4) du conduit capillaire(3).

5 22 - Dispositif selon la revendication 20 ou 21, caractérisé en ce qu'il est intégré dans un échantillonneur de fond susceptible d'être descendu dans un puits produisant le fluide hydrocarboné renfermant des fractions lourdes, notamment asphaltènes, de telle sorte que l'extrémité ouverte (6) de la chambre d'entrée (1) soit apparente.

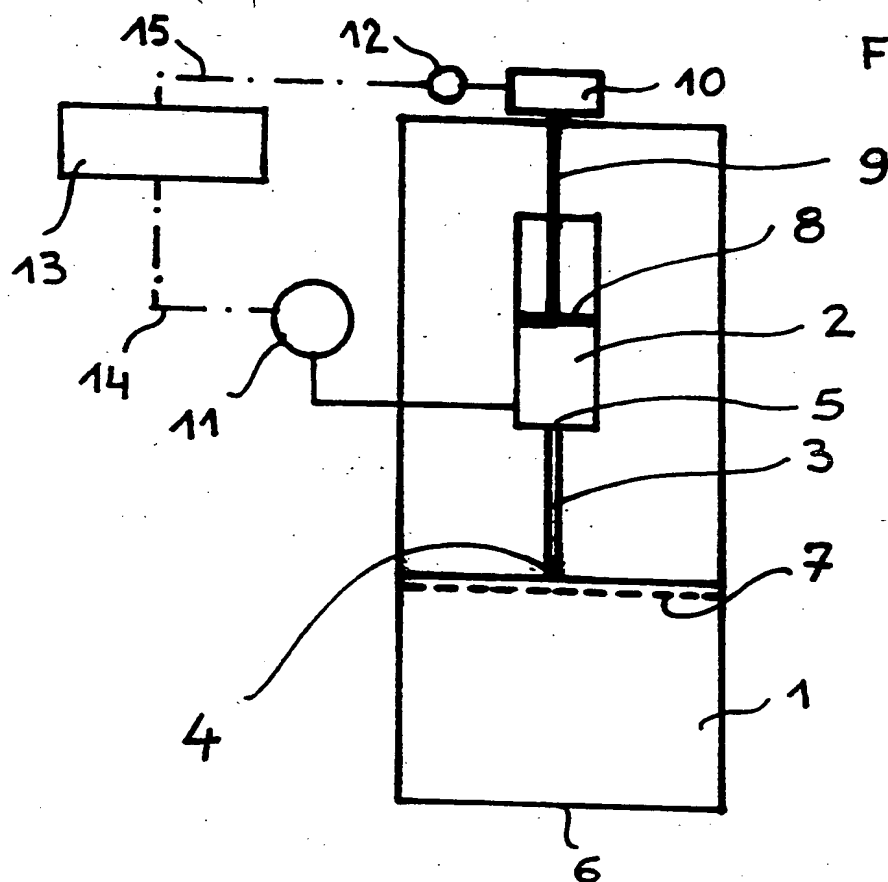
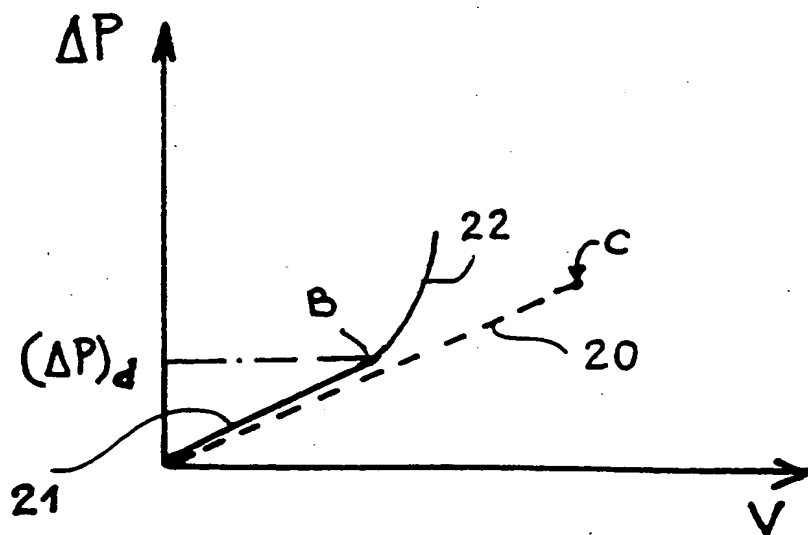
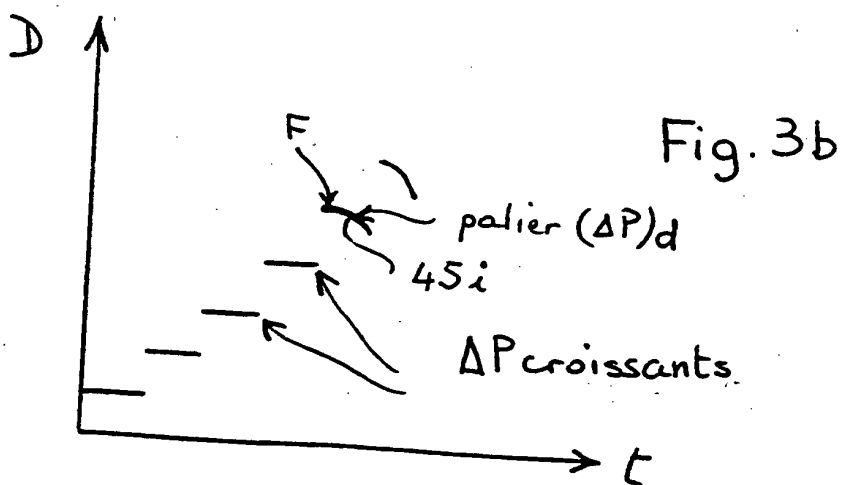
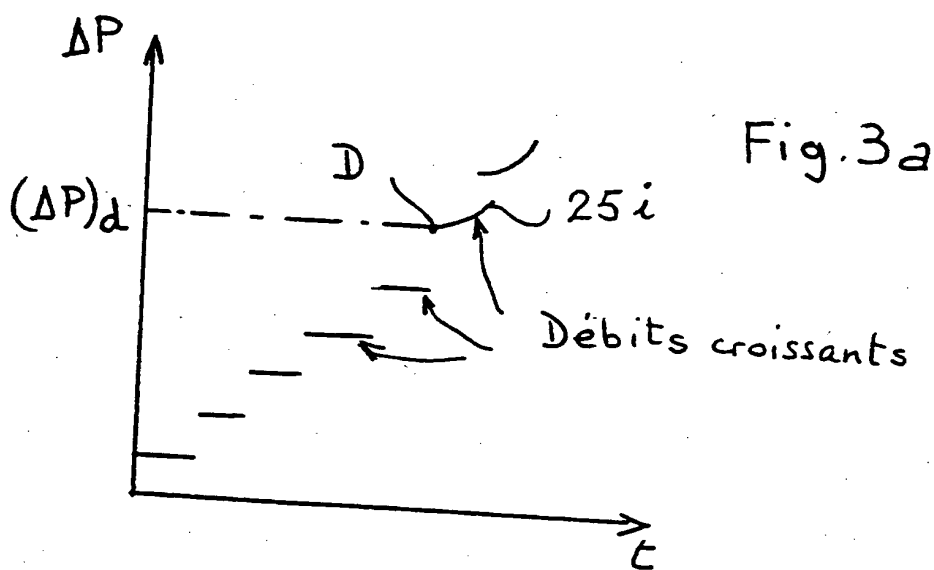
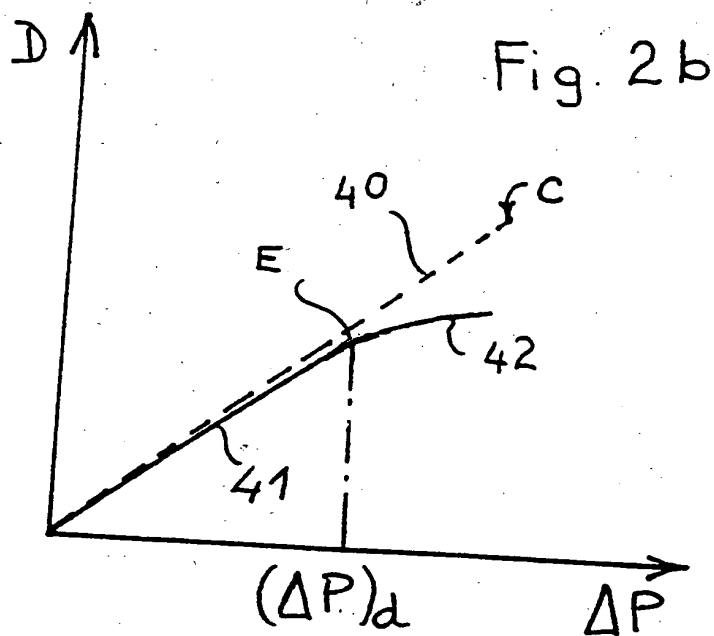
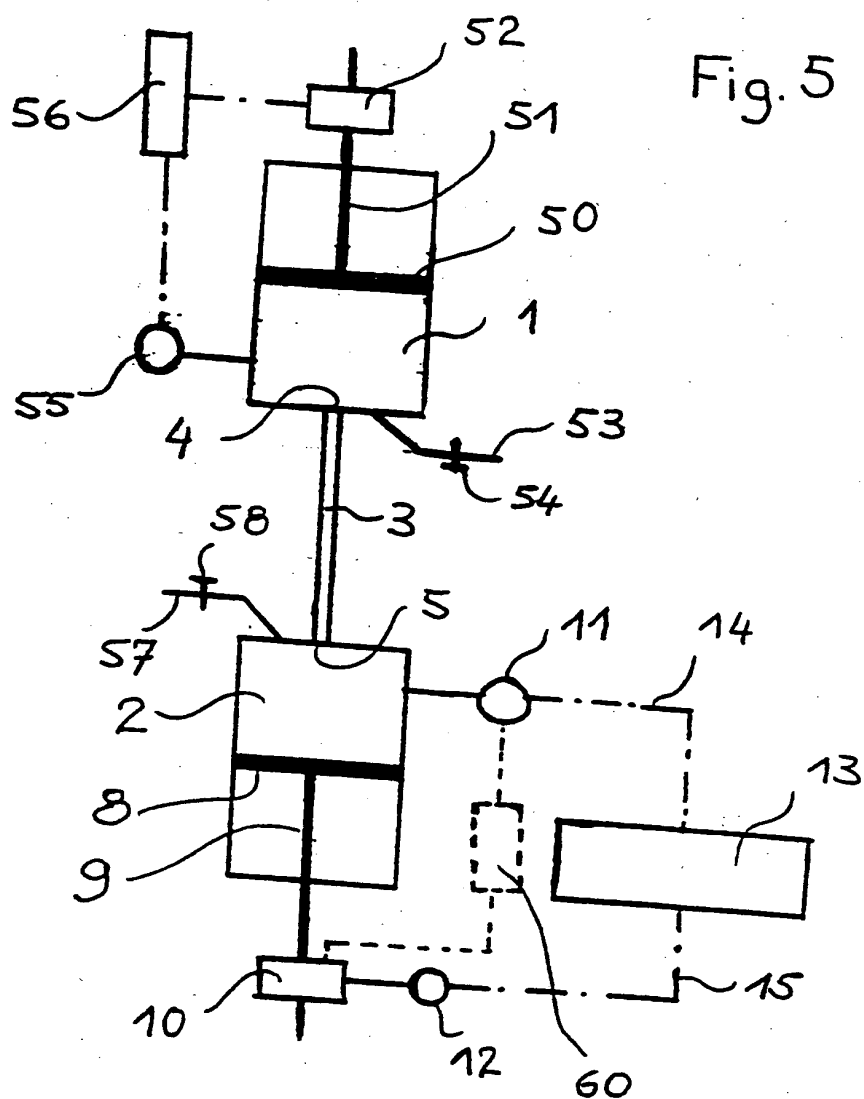


Fig. 2 a







(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITE DE COOPÉRATION
EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété
Intellectuelle
Bureau international



(43) Date de la publication internationale
17 mai 2001 (17.05.2001)

PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 01/35067 A3

(51) Classification internationale des brevets⁷ :
G01N 33/28

(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/FR00/03099

(22) Date de dépôt international :
8 novembre 2000 (08.11.2000)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
99/14060 9 novembre 1999 (09.11.1999) FR

(71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) : INSTI-
TUT FRANÇAIS DU PETROLE [FR/FR]; 1 & 4, avenue
de Bois Préau, F-92852 Rueil Malmaison Cedex (FR).

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) : ZHOU,
Honggang [FR/FR]; 5, avenue de Buros, F-64000 Pau
(FR). JOSE, Jacques [FR/FR]; Chemin du Molaret,
F-38200 Villette de Vienne (FR). BROSETA, Daniel
[FR/FR]; 23, rue Caumartin, F-75009 Paris (FR). ROBIN,
Michel [FR/FR]; 7, avenue du Maréchal Foch, F-78300
Poissy (FR). DURANDEAU, Marc [FR/FR]; 8, rue G.
Apollinaire, F-78860 Saint-Nom-la-Bretèche (FR).

(74) Mandataire : ELMALEH, Alfred; Institut Français du
Pétrole, 1 & 4, avenue de Bois-Préau, F-92852 Rueil Mal-
maison Cedex (FR).

(81) États désignés (national) : CA, GB, NO, US.

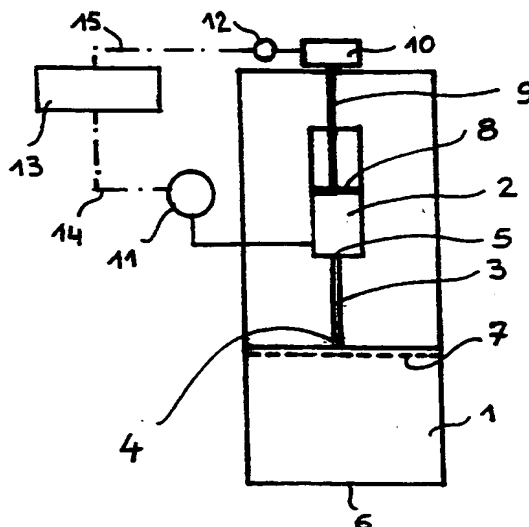
Publiée :

— avec rapport de recherche internationale

[Suite sur la page suivante]

(54) Title: METHOD AND DEVICE FOR DETERMINING THE THRESHOLD OF HEAVY FRACTION DEPOSIT
CONTAINED IN A LIQUID HYDROCARBON FLUID

(54) Titre : METHODE ET DISPOSITIF DE DETERMINATION DU SEUIL DE DEPOT DES FRACTIONS LOURDES CONTE-
NUES DANS UN FLUIDE HYDROCARBONE LIQUIDE



(57) Abstract: The invention concerns a method whereby a fluid sample is brought (1) at constant pressure P_e and temperature maintaining the heavy fractions, in particular asphaltenes, in dissolved state and/or in stable colloidal state, at the intake (4) of a capillary passage with high pressure drop. Said sample is forced to flow through the capillary conduit, at an increasing flow rate. The method consists in measuring (11) the fluid pressure P_s and the fluid flow rate D (12) at the outlet (5) of the capillary conduit and in representing the variation curve of the quantity $\Delta P = P_e - P_s$ or the quantity D as a function of the other quantity or as a function of time. The deposit pressure, characteristic of the threshold of deposit of heavy fractions, is defined as the value of pressure P_s , which corresponds to a change of the slope in the variation curve of the quantity ΔP or the quantity D .

[Suite sur la page suivante]

WO 01/35067 A3



(88) Date de publication du rapport de recherche internationale:

1 novembre 2001

En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abréviations, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de la Gazette du PCT.

(57) **Abrégé :** Un échantillon du fluide est amené (1), à pression P_e et température constantes maintenant les fractions lourdes, notamment asphaltènes, à l'état dissous et/ou à l'état colloïdal stable, à l'entrée (4) d'un passage capillaire (3) à forte perte de charge. Ledit échantillon est contraint de s'écouler à travers le conduit capillaire, avec un débit croissant. On mesure (11) la pression de fluide P_s et le débit D (12) de fluide en sortie (5) du conduit capillaire et représente la courbe de variation de la grandeur $\Delta P = P_e - P_s$ ou de la grandeur D en fonction de l'autre grandeur ou en fonction du temps. On définit comme pression de dépôt, caractéristique du seuil de dépôt des fractions lourdes, la valeur de la pression P_s , qui correspond à un changement de la pente de la courbe de variation de la grandeur ΔP ou de la grandeur D .

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/FR 00/03099

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 G01N33/28

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 G01N

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 4 455 860 A (CULLICK ALVIN S ET AL) 26 June 1984 (1984-06-26) abstract	1, 11
A	WO 96 10745 A (INST FRANCAIS DU PETROL ; ROP SOC (FR); MORACCHINI GERARD (FR); BEH) 11 April 1996 (1996-04-11) abstract	1
A	EP 0 473 472 A (INST FRANCAIS DU PETROL) 4 March 1992 (1992-03-04) abstract	1
A	EP 0 313 972 A (IDEMITSU KOSAN CO) 3 May 1989 (1989-05-03) abstract	1

☐ Further documents are listed in the continuation of box C.



Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents:

A document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

E earlier document but published on or after the international filing date

L document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

O document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

P document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

T later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

X document of particular relevance: the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

Y document of particular relevance: the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

S document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

24 April 2001

Date of mailing of the international search report

08/05/2001

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl.
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Duchatellier, M

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Intern. Application No
PCT/FR 00/03099

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 4455860	A	26-06-1984	NONE	
WO 9610745	A	11-04-1996	FR 2725275 A	05-04-1996
			AU 3610995 A	26-04-1996
			CA 2176837 A	11-04-1996
			CN 1135793 A	13-11-1996
			EP 0731912 A	18-09-1996
			NO 962192 A	29-07-1996
			US 5756884 A	26-05-1998
EP 0473472	A	04-03-1992	FR 2666415 A	06-03-1992
			DK 473472 T	20-11-1995
			NO 303415 B	06-07-1998
			OA 9294 A	31-08-1992
EP 0313972	A	03-05-1989	JP 1116449 A	09-05-1989
			DE 3887629 D	17-03-1994
			DE 3887629 T	26-05-1994
			US 5270218 A	14-12-1993

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale No

PCT/FR 00/03099

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
CIB 7 G01N33/28

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

CIB 7 G01N

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	US 4 455 860 A (CULLICK ALVIN S ET AL) 26 juin 1984 (1984-06-26) abrégé	1,11
A	WO 96 10745 A (INST FRANCAIS DU PETROL ;ROP SOC (FR); MORACCHINI GERARD (FR); BEH) 11 avril 1996 (1996-04-11) abrégé	1
A	EP 0 473 472 A (INST FRANCAIS DU PETROL) 4 mars 1992 (1992-03-04) abrégé	1
A	EP 0 313 972 A (IDEMITSU KOSAN CO) 3 mai 1989 (1989-05-03) abrégé	1

☐ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents



Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

- *A* document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- *E* document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- *L* document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou créé pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- *O* document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- *P* document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

T document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

X document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

Y document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

Z document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

24 avril 2001

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

08/05/2001

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel: (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Duchatellier, M

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Deman internationale No
PCT/FR 00/03099

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 4455860	A	26-06-1984	AUCUN	
WO 9610745	A	11-04-1996	FR 2725275 A AU 3610995 A CA 2176837 A CN 1135793 A EP 0731912 A NO 962192 A US 5756884 A	05-04-1996 26-04-1996 11-04-1996 13-11-1996 18-09-1996 29-07-1996 26-05-1998
EP 0473472	A	04-03-1992	FR 2666415 A DK 473472 T NO 303415 B OA 9294 A	06-03-1992 20-11-1995 06-07-1998 31-08-1992
EP 0313972	A	03-05-1989	JP 1116449 A DE 3887629 D DE 3887629 T US 5270218 A	09-05-1989 17-03-1994 26-05-1994 14-12-1993